

(54) COATING FOR FORMING CRYSTALLINE CREPE PATTERN

(11) 1-16878 (A) (43) 20.1.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 62-172616 (22) 10.7.1987
 (71) FUJIKURA KASEI K.K. (72) NOBORU OHARA(4)
 (51) Int. Cl⁴. C09D5/28, C09D3/48

PURPOSE: To obtain the titled coating having excellent abrasion resistance, scratching resistance and chemical resistance and capable of providing a coating film forming pattern having beautiful value on a substrate such as glass in simple process, by incorporating a silane coupling agent to photopolymerization composition at a specific ratio.

CONSTITUTION: The aimed coating obtained by incorporating (B) 1~200pts.wt., preferably 2~100pts.wt. compound expressed by formula $\text{SH}\cdot\text{R}_1\cdot\text{SiH}_{(3-n)}\text{R}_{2(n)}$ (R_1 is ether or hydrocarbon; R_2 is ether; n is 1~3) to (A) 100pts.wt. photopolymerization composition containing (i) 0~60wt.% monomer having ≥ 3 photosetting acryloyl groups or methacryloyl groups in one molecule, (ii) 0~40wt.% reactive diluent, (iii) 5~70wt.% photopolymerizable oligomer containing acidic component in the molecule, (iv) 5~70wt.% film forming polymer and (v) 0.1~10wt.% photopolymerization initiator and also applicable to material having low heat resistance such as plastic without requiring baking or heat curing.

(54) COLOR COATING COMPOSITION

(11) 1-16879 (A) (43) 20.1.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 62-171069 (22) 10.7.1987
 (71) FUJIKURA KASEI K.K. (72) KAZUO YAMADA(1)
 (51) Int. Cl⁴. C09D7/12, C08K9/10, C09D7/12

PURPOSE: To obtain a novel color coating composition containing liquid color particle having definite particle size and capable of providing appearance of coating film having excellent design.

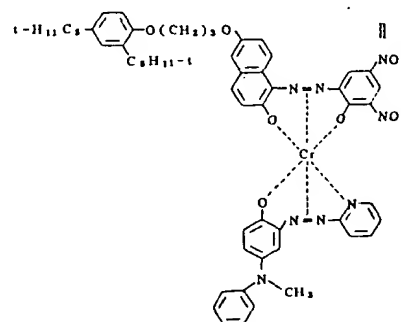
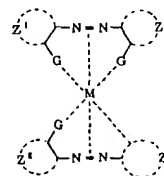
CONSTITUTION: Liquid substance obtained by uniformly dispersing a coloring agent such as inorganic or organic pigment or dye in a solution or dispersion containing coating binder is stably dispersed into a coating composition while keeping particle having 10~500 μm particle size to provide the aimed composition. The above-mentioned particle is preferably capsulated with gelling membrane of a water soluble high polymer compound.

(54) RECORDING LIQUID

(11) 1-16880 (A) (43) 20.1.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 62-172432 (22) 10.7.1987
 (71) FUJI PHOTO FILM CO LTD (72) MITSUGI TANAKA(1)
 (51) Int. Cl⁴. C09D11/00, C09B45/00

PURPOSE: To obtain a nonaqueous (oily) recording liquid containing a specific compound as well as containing an organic solvent as a main component and suitable for ink jet recording or writing tool.

CONSTITUTION: The aimed recording liquid containing a compound (e.g. compound expressed by formula II) expressed by formula I [$\text{Z}^{\text{I}} \sim \text{Z}^{\text{III}}$ are plural numbers of atoms required to complete at least one 5~7 membered aromatic ring or heterocycle; Z^{I} represents at least one 5~7 membered aromatic ring or heterocycle and contains (A) N atom which works as chelating seat in the ring of the nucleus or (B) C atom directly linked by N atom which works as chelating seat in the ring of the nucleus in the position adjacent to bonding site to azo bond; G is metal chelating group having one negative electron charge; M is trivalent six seat coordinating metal ion.



⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭64-16880

⑪ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和64年(1989)1月20日

C 09 D 11/00
C 09 B 45/00
C 09 D 11/00

1 0 1

7433-4H

P S Z

8416-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全12頁)

⑭ 発明の名称 記録液

⑮ 特 願 昭62-172432

⑯ 出 願 昭62(1987)7月10日

⑰ 発 明 者 田 中 貴 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内

⑱ 発 明 者 坂 井 武 男 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フィルム株式会社内

⑲ 出 願 人 富士写真フィルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地

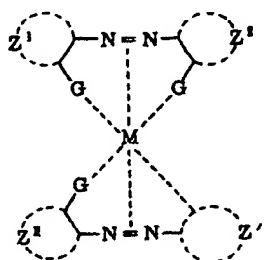
明 細 書

1. 発明の名称 記録液

2. 特許請求の範囲

下記一般式(I)で表わされる化合物を含むことを特徴とする記録液。

一般式(I)



式中、Z' ~ Z'' はそれぞれ最低1個の5~7員の芳香環又は複素環を完成するのに必要な複数個の原子を表わす。

Z' は最低1個の5~7員の芳香環又は複素環を表わし、その際このZ' はアゾ結合に対する結合個所に隣接する位置において、(I)キレート化座

として働く配位原子を当該核の環内に有するか、さもなければ、(II)キレート化座として働く配位原子が直接的に結合している炭素原子を当該核の環内に有する。Gは1つの陰電荷を有する金属キレート化基を表わす。Mは3価の6座配位金属イオンを表わす。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、有機溶剤を主成分とする非水系(あるいは油性系ともいう)の記録液に関する。

「従来の技術」

記録液としては、ボールペン、フェルトペン、万年筆あるいはインクジェット用の種々のものがあり、これらは染料または顔料を水または有機溶剤に溶解ないしは分散して用いられる。

記録液が水を主成分とする液媒体の場合は、水溶性色素を水あるいは水と少量の有機溶剤を用いた媒体中に溶解して用いられる。しかしながら水系の記録液の場合はサイズ度の高い紙への吸着性が悪く、筆記性が良くない。また記録した後の面

像に耐水性がなく取り扱い性が悪い。またにじみにより解像度が低下する等の種々の欠点がある。これらの欠点を克服するため、油溶性の染料を有機溶剤を主成分とする被媒体中に溶解させた非水系の記録液を用いることも知られている。しかしながら従来知られている非水系記録液に用いられている油溶性色素のうちで、黒系統の色を發するに好適な広い吸収を有する色素で色相、耐光性および溶解性のすべて又は多くの項目について満足のいくものは見いだされていなかった。

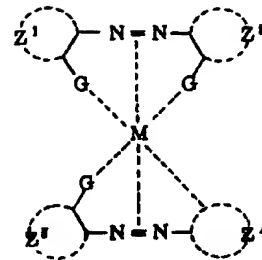
「本発明が解決しようとする問題点」

本発明の目的は前記従来の欠点を解決することであり、特に広い吸収、溶解性を保持しながら耐光性を向上させる記録液を得ることにある。

「問題点を解決するための手段」

下記一般式 (I) で表わされる化合物を特徴とする記録液により前記の欠点が解決されることが判明し、本発明を成すに至つた。

一般式 (I)



式中、 $Z^1 \sim Z^2$ はそれぞれ最低1個の5~7員の芳香環又は複素環を完成するのに必要な複数個の原子を表わす。これらの環上の水素原子は1つ以上のアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アラルキル基、アリール基、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、エステル基、カルバモイル基、アシル基、アシルアミノ基、スルホニル基、スルファモイル基、スルホンアミド基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、カルボキシ基、スルホ基又は水酸基で置換されてもよい。

Z' は最低1個の5~7員の芳香環又は複素環を表わし、その際この Z' はアゾ結合に対する結合個所に隣接する位置において、(I)キレート化座として働く酸素原子を当該核の環内に有するか、さもなければ、(II)キレート化座として働く酸素原子が直接的に結合している炭素原子を当該核の環内に有する。 Z' の芳香環又は複素環上の水素原子は、1つ以上の置換基で置換されてもよく、置換基としては $Z^1 \sim Z^2$ の置換基として挙げられたものと同じ置換基である。 G は1つの陰電荷を有する金属キレート化基を表わす。 M は3価の6座配位金属イオンを表わす。

一般式 (I) の $Z^1 \sim Z^2$ 、 Z' により形成される環の中で好ましいものはベンゼン環、ナフタレン環、ピリジン環、キノリン環、ピラゾール環、チオフェン環、インドール環、又はピラゾロトリアゾール環である。またこれらの環上の置換基のうち好ましいものは $C_1 \sim C_{25}$ の置換してもよいアルキル基、 $C_1 \sim C_{25}$ の置換してもよいアルコキシ基、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、

$C_1 \sim C_{25}$ の置換してもよいアルキルスルファモイル基、 $C_6 \sim C_{20}$ の置換してもよいフェニルスルファモイル基、 $C_1 \sim C_{25}$ のエステル基、 $C_1 \sim C_{25}$ のカルバモイル基、 $C_1 \sim C_{25}$ のアシル基、 $C_1 \sim C_{25}$ のアシルアミノ基、 $C_1 \sim C_{25}$ のスルホニル基、 $C_1 \sim C_{25}$ のスルホンアミド基、

$$\begin{matrix} R_1 \\ R_2 \end{matrix} \text{N} - (R_1, R_2 \text{ は水素原子, } C_1 \sim C_{25}$$

の置換されてもよいアルキル基又はフェニル基を表わす。 R_1 と R_2 は一緒になつて5又は6員環を形成してもよい。) で表わされるアルキルアミノ基もしくはアリールアミノ基、水酸基である。

G の中で好ましいものは水酸イオン、カルボキシレート、スルホンアミドイオン、スルファモイルイオン、又はアミノ基であり、特に好ましいものは水酸イオンである。

一般式 (I) で表わされる本発明に用いられる化合物は、油溶性を均すため油溶化基を少なくとも1個は持っていることが好ましい。

油溶化基とは色素を非水溶媒に溶けやすくする

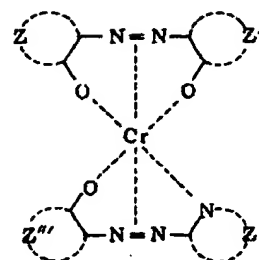
ため色素部本体と結合している炭素数 $5 \sim 30$ の無置換又は置換（置換基としてはアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アラルキル基、アリール基、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、エステル基、カルバモイル基、アシル基、アシルアミノ基、スルホニル基、スルフアモイル基、スルホンアミド基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基又は水酸基が挙げられる）されてもよいアルキル基、又は炭素数 $10 \sim 35$ の置換（置換基は同上）されたアリール基を要す。

これらのアルキル基又はアリール基は色素部本体と直接結合してもよいし、エーテル基、エステル基、カルバモイル基、アシル基、アシルアミノ基、スルホニル基、スルフアモイル基、スルホンアミド基、アミノ基、アルキルアミノ基を介して結合してもよい。

M'の中で好ましいものはクロム(III)、コバルト(III)であり、特に好ましいものはクロム(III)である。

本発明の記録液に含まれる化合物のうち特に好ましいものは一般式(II)で表わされる。

一般式(II)



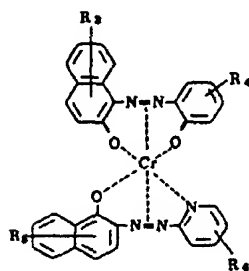
式中、Z、Z' および Z'' はベンゼン環又はナフタレン環を完成するのに必要な複数個の原子を表わす。Z、Z'、および Z'' により形成される環上の少なくとも1つには1つ以上のニトロ基、水酸基又は1つ以上のハロゲン原子を含む。Z' はピリジン環又はキノリン環を完成するのに必要な複数個の原子を表わす。これらの環上の水素原子はアルキル基、ハロゲン原子、ニトロ基、アシルアミノ基又はスルフアモイル基により置換されてもよい。また Z、Z'、Z'' および Z''' により形成される環上の少なくとも1つには1つ以上の油

溶化基（一般式(I)の説明したものと同様）を含む。

本発明に用いられる化合物の具体例を以下に示す。なお、化合物 $1 \sim 10$ 、 $11 \sim 13$ 、 $14 \sim 15$ はそれぞれ一般式(III)～(V)と第1表～第3表の具体的な置換基で表示する。また第1表～第3表の中の○の数字は芳香環上の置換位置を示す。

表中の置換基の記号に対して3個の具体例がある場合は、一つの芳香環上に同時に3個の置換基を有することを示す。

一般式(Ⅱ)



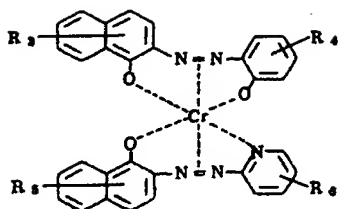
第1表

化合物名	R ₂	R ₄	R ₅	R ₆
1	③-C(=O)NH(CH ₂) ₃ O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1 C ₆ H ₁₁ -1	④-NO ₂	④-SO ₂ NH(CH ₂) ₃ O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1 C ₆ H ₁₁ -1	H
2	③-SO ₂ NH(CH ₂) ₃ O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1 C ₆ H ₁₁ -1	・	・	・
3	・	・	④-SO ₂ N(C ₆ H ₁₇) ₂	・
4	③-CN(C ₆ H ₁₇) ₂	・	・	・
5	②-SO ₂ NH(CH ₂) ₃ O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1 C ₆ H ₁₁ -1	・	②-SO ₂ N(C ₆ H ₁₇) ₂	・
6	③-NHCOCH ₂ -O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1 C ₆ H ₁₁ -1	・	③-SO ₂ N(C ₄ H ₉) ₂	・

第2表のつづき

化合物名	R ₂	R ₄	R ₅	R ₆
7	③-NHC(=O)-C ₆ H ₁₃	③-NO ₂	④-O-CH(CH ₃) ₂	④-CH ₃
8	③-SO ₂ NHC(CH ₃) ₂ -CH ₂ -C(CH ₃) ₂ -CH ₃	④-NO ₂	④-SO ₂ N(C ₂ H ₅) ₂	H
9	・	・	・	③-SO ₂ NHC ₆ H ₁₃
10	③-NHCC ₁₁ H ₂₃	③-SO ₂ N(CH ₃) ₂ , ③-Cl	H	③-NO ₂

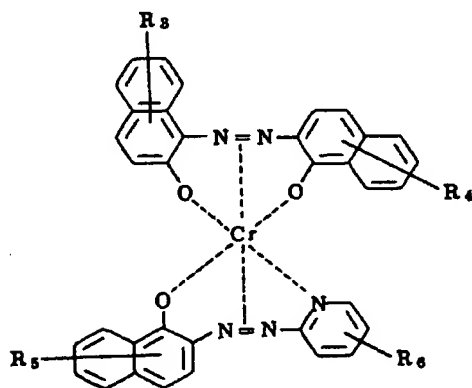
一般式 (IV)



第 2 表

化合物名	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆
/ 1	$\textcircled{3}-\text{NHC}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}(\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{C}_6\text{H}_{11}-1)-\text{C}_6\text{H}_{11}-1$	④-NO ₂	④-SO ₂ NH(CH ₂) ₂ O-C ₆ H ₄ -C ₆ H ₁₁ -1	H
/ 2	⑥-CH	④-SO ₂ N(CH ₃) ₂ , ⑥-Cl	,	⑥-CH ₃
/ 3	,	④-NO ₂ , ⑥-SO ₂ (C ₂ H ₅) ₂	,	H

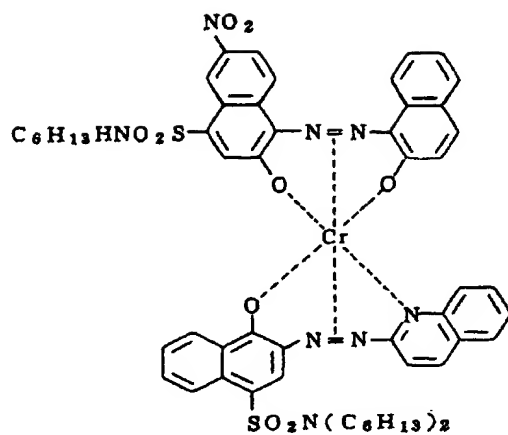
一般式 (V)



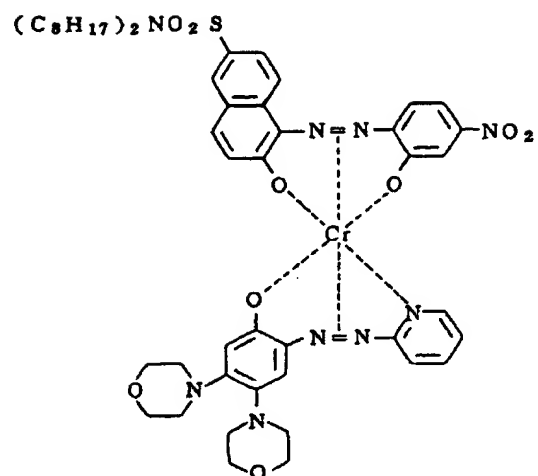
第 3 表

化合物名	R ₃	R ₄	R ₅	R ₆
/ 4	④-SO ₂ NHC ₂ H ₅ , ⑥-NO ₂	H	④-SO ₂ N(C ₆ H ₁₇) ₂	H
/ 5	,	⑥-SO ₂ NHC ₂ H ₅	,	,

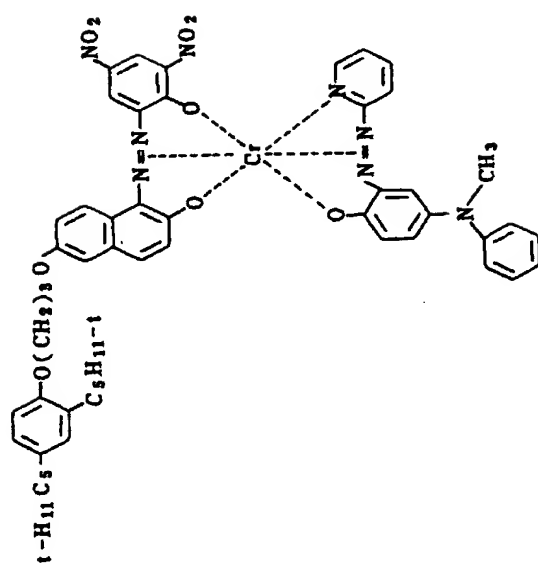
展 / 6



展 / 7



展 / 8



展 / 9

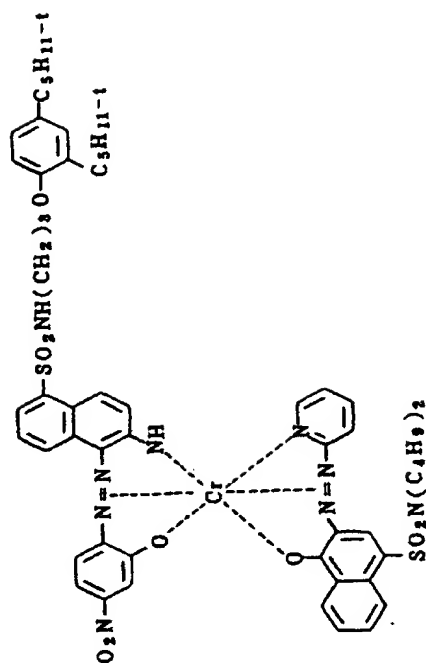


図20

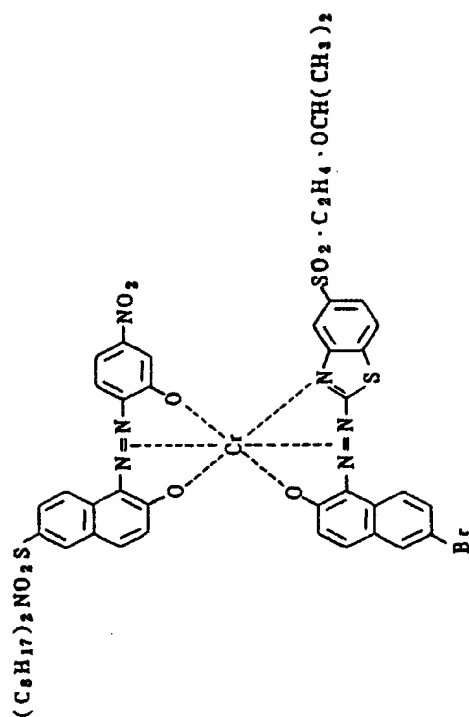


図21

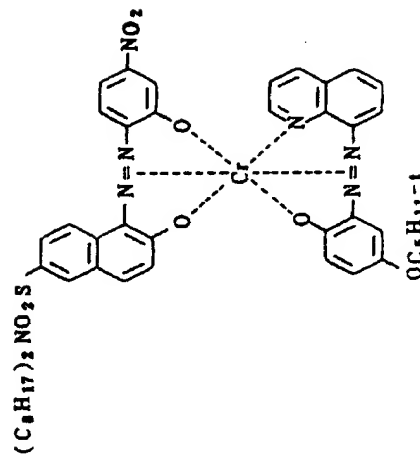
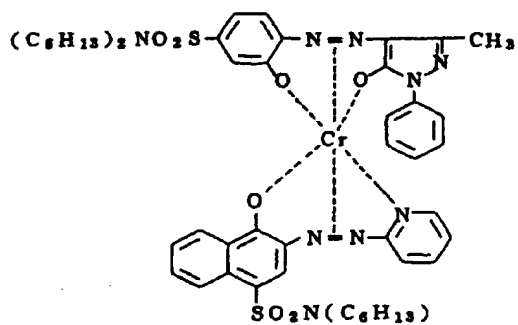


図22



以下に本発明に用いられる化合物の合成例を示す。

合成例

化合物20の合成

1-(2-ヒドロキシ-4-ニトロフェニルアゾ)-3-[3-(2,4-ジ-tert-アミルフェノキシ)プロピルカルバモイル]-2-ナフトール2.0g、 $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 3.5gおよびメチルセロソルブ50mlを1時間加熱還流した後、

150mlの水水中へ注ぎ析出した結晶を採取して得た1:1クロムキレート化合物1.4g、4-[3-(2,4-ジ-tert-アミルフェノキシ)プロピルカルバモイル]-2-(3-ピリジルアゾ)-1-ナフトール1.2g、酢酸カリウム0.6gおよびエタノール40mlを1時間加熱還流した。室温下4時間かきまぜた後採取した。

得られた結晶を展開溶媒をクロロホルム、酢酸エチル20:1とするシリカゲルクロマトグラフィーにより精製して1.6gの目的物を得た。

本発明に使用される記録液の液媒体は、通常の有機溶剤が所望に応じて適宜選択して使用される。具体的には、たとえば、エタノール、ペンタノール、ヘプタノール、オクタノール、シクロヘキサノール、ベンジルアルコール、フェニルエチルアルコール、フェニルプロピルアルコール、フルフリルアルコール、アニスアルコールなどのアルコール類、エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールモノフェニルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ジエチレ

ングリコールモノブチルエーテル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピレングリコールモノフェニルエーテル、ジプロピレングリコールモノメチルエーテル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリコールジアセテート、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、ジエチレングリコールモノエチルアセテート、エチレングリコールジアセテート、プロピレングリコールジアセテートなどのグリコール誘導体、ベンジルメチルケトン、ベンジルアセトン、ジアセトンアルコール、シクロヘキサノンなどのケトン類、ブチルフェニルエーテル、ベンジルエチルエーテル、ヘキシルエーテルなどのエーテル類、酢酸エチル、酢酸アミル、酢酸ベンジル、酢酸フェニルエチル、酢酸フェノキシエチル、フェニル酢酸エチル、プロピオン酸ベンジル、安息香酸エチル、安息香酸ブチル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ブチル、ミリスチン酸イソプロピル、パルミチン酸イソプロピル、リン酸トリエチル、リン酸トリブチル、フタル酸ジエチル、フ

タル酸ジブチル、マロン酸ジエチル、マロン酸ジプロピル、ジエチルマロン酸ジエチル、コハク酸ジエチル、コハク酸ジブチル、グルタル酸ジメチル、グルタル酸ジエチル、アジピン酸ジエチル、アジピン酸ジプロピル、アジピン酸ジブチル、アジピン酸ジ(2-メトキシエチル)、セバシン酸ジエチル、マレイン酸ジエチル、マレイン酸ジブチル、マレイン酸ジオクチル、フマル酸ジエチル、フマル酸ジオクチル、ケイ皮酸3-ヘキセニルなどのエステル類、石油エーテル、石油ベンジン、ナットラリン、デカリン、1-アミルベンゼン、ジメチルナフタリンなどの炭化水素系溶剤、アセトニトリル、ホルムアミド、N-N-ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシド、スルホラン、プロピレンカーボネート、N-メチル-2-ピロリドン、N-エチル-2-ピロリドン、N-ビニル-2-ピロリドン、N, N-ジエチルピロリドンアミドなどの極性溶媒があげられる。これらの溶剤は単独で使用してもよいし、2種以上を混合して使用してもよい。溶剤としてエステル基を2個

含有するものが好ましく、溶剤の沸点は140℃以上のものが特に好ましい。

特に静電を利用したインクジェット記録装置に使用するときには、比較的抵抗の小さいアルコール類、グリコール誘導体、ケトン類、極性溶媒などを記録液の2~50%含有させることが好ましい。

本発明の記録液には、種々の添加剤が所量に応じて適宜添加されてもよい。その様な添加剤としては、粘度調整剤、表面張力調整剤、比抵抗調整剤、皮膜形成剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤、退色防止剤などが挙げられる。

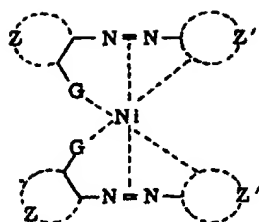
本発明の記録液には色相調節などのため公知の色素(例えば、Solvent Black 3(C.I. 26150))が所量に応じて適宜添加されてもよい。

また、フルカラー画像を形成するために、本発明のブラック色調記録液は、マゼンタ色調、イエロー色調およびシアン色調記録液と共に用いることができる。これら記録液に使用される色素として、たとえば特開昭61-215252号など

に記載されている色素(モノアゾ、ポリアゾ、金属錯塩アゾ、ピラゾロンアゾ、アミノピラゾールアゾ、スチルベンアゾ、チアゾールアゾ系の各種アゾ色素、アントロン、アントラキノン誘導体から成るアントラキノン色素、インジゴ、チオインジゴ誘導体から成るインジゴイド色素、フタロシアニン色素、ジフェニルメタン、トリフェニルメタン、キサントゲン、アクリジン系のカルボニウム色素、アジン、オキサジン、チアジン系のキノンイミン色素、ポリメチン、アゾメチン系のメチン色素、ベンゾキノン及びナフトキノン色素、ナフタルイミド色素、ペリノン色素など)のうちマゼンタ色調、イエロー色調またはシアン色調のものを使用することができるが、特に好ましいものは以下の通りである。

マゼンタ色素：特開昭61-75521号に記載の下記一般式(Ⅱ)で表わされるマゼンタ色調ニツケルキレート色素。

一般式(II)



式中、Zは最低1個の5～7員の芳香環又は複素環を完成するのに必要な複数個の原子を表わす。これらの環上の水素原子は1つ以上のアルキル基、アルコキシ基、アリールオキシ基、アラルキル基、アリール基、ハロゲン原子、シアノ基、ニトロ基、エステル基、カルバモイル基、アシル基、アシルアミノ基、スルホニル基、スルフアモイル基、スルホンアミド基、アミノ基、アルキルアミノ基、アリールアミノ基、又は水酸基で置換されてもよい。

Z'は最低1個の5～7員の芳香環又は複素環を表わし、その環とのZ'はアゾ結合に対する結

記一般式(II)で表わされるイエロー色調ニッケルキレート色調。

シアン色素；特開昭57-182837号公報に記載された油溶性インドアニリン色素または特開昭50-44326号公報に記載された油溶性アルキルスルファモイル置換銅フタロシアニン。

本発明の記録液は、液媒体成分あるいは各種添加剤が適宜加えられ、所望の物性値に調整されることによつて、種々のインクジェット記録装置に適用される。

本発明の記録液を静電を利用したインクジェット記録装置に適用する場合は、比抵抗を $10^8 \sim 10^{11} \Omega \cdot \text{cm}$ に調整することが好ましく、 $10^8 \sim 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ が特に好ましい。また本発明の化合物の濃度は1～20%が好ましく、3～10%が特に好ましい。

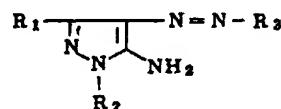
本発明の記録液はインクジェット用インク以外の記録液、例えば筆記具用(ボールペンインクなど)としても使用できる。

本発明の記録液を記録するのに用いられる記録

各個所に隣接する位置において、(I)キレート化座として働く配位原子を当該核の環内に有するか、さもなければ、(II)キレート化座として働く配位原子が直接的に結合している炭素原子を当該核の環内に有する。Z'の芳香環又は複素環上の水素原子は、1つ以上の置換基で置換されてもよく、置換基としてはZと同じ置換基である。Gは金属キレート化基を表わす。

イエロー色素；下記一般式(III)で表わされる色素。

一般式(III)



式中、R₁は水素原子、アルキル基、アルコキシ基、アリール基、カルボン酸エステル基又はカルバモイル基を表わし、R₂は水素原子、アルキル基又はアリール基を表わし、R₃はアリール基を表わす。但し、R₁、R₂又はR₃のいずれにもスルホン酸基を含まないこととする。または上

支持体は、通常、紙が用いられるが、布、プラスチックフィルム、金属板、木板、ガラス板などを使用することもできる。紙は木材パルプを主体とするが、必要に応じて合成繊維、合成パルプ、無機繊維などを混合してもよい。また支持体の表面に適当なインク吸収層を設けたシートは、記録液に適当に浸透するので好ましい結果を与える。

インク吸収層は顔料と接着剤を主体に構成され、従来知られているものを適宜使用することができる。顔料としては、クレー、タルク、炭酸カルシウム、硫酸カルシウム、ケイ酸カルシウム、酸化亜鉛、カオリン、ケイ酸アルミニウム、ケイ酸マグネシウム、酸性白土、酸化マグネシウム、炭酸マグネシウム、酸化アルミ、シリカ、有機顔料等が挙げられる。接着剤としては、カゼイン、でんぷん、ゼラチン、PVA、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ステレンブタジエンラテックス、メチルメタアクリレート、ブタジエンラテックス、酢ビ系ラテックス、ポリアクリル系ラテックス等が挙げられる。

本発明を以下の実施例にて更に具体的に説明する。

実施例1

本発明の化合物A	5重量部
フタル酸ジエチル	28重量部
アジピン酸ジイソプロピル	47重量部
N, N-ジエチルドデカンアミド	20重量部

上記各成分を混合攪拌し均一の溶液としたあと、孔径14μmのフィルターを通して濾過し、インク液を調製した。このインク液の比抵抗は $3.3 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 、粘度は7.5cP（いずれも25°C測定）であつた。このインク液をノズル孔径50μmのヘッドを設置した静電加速型インクジェット装置を用いて、ドット本数8本/mmにてインクジェット記録用紙に印写したところ、濃度の高いブラック画像が得られた。この画像を室内光に3ヶ月間放置しておいた後の濃度低下率は2%以下であつた。このインクで印写した紙を水中に10分間浸しても画像のニジミや流れは認められなかつた。

メチルエーテル	25重量部
---------	-------

これらの各インク液を実施例1と同じ静電加速型インクジェット装置を用いて、主として酸化ケイ素微粒子とポリビニルアルコールからなり、重量比で75:25の割合で含有している被布層を設けたインクジェット記録用紙に印写した。インク液(2-1)~(2-3)ともに良好な吐出性を示し、それぞれ濃度の高いブラック画像が得られた。これらのインク液を満たしたヘッドを装着したままインクジェット装置を3週間放置したあと再び作動させたところ、インク液の吐出は順調であり、停止前と同じ濃度の高い画像が得られた。このインクで印写した紙を水中に10分間浸しても、画像のニジミや流れは認められなかつた。

実施例3

下記の組成よりなるインク液(3-1)~(3-3)を実施例1と同様にして調製した。

インク液(3-1)	
油溶性マゼンタ色素(下記に示す)	5重量部
フタル酸ジエチル	30重量部

このインク液を密封ガラス容器に入れ、室内に6ヶ月間放置したが、染料の析出は認められなかつた。

実施例2

下記の組成からなるインク液(2-1)~(2-3)を実施例1と同様にして調製した。

インク液(2-1)	
本発明の化合物A	5重量部
アジピン酸ジエチル	73重量部
ベンジルアルコール	22重量部

インク液(2-2)	
本発明の化合物A	5重量部
マレイン酸ジブチル	65重量部
フタル酸ジエチル	25重量部
N-メチルピロリドン	5重量部

インク液(2-3)	
本発明の化合物A	5重量部
セバシン酸ジエチル	40重量部
フタル酸ジエチル	30重量部
ジプロピレングリコールモノ	

アジピン酸ジイソプロピル	45重量部
N, N-ジエチルドデカンアミド	20重量部
インク液(3-2)	

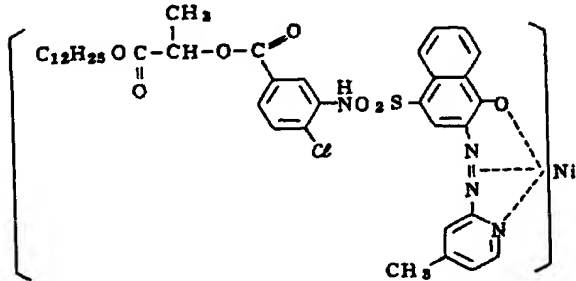
油溶性イエロー色素(下記に示す)	5重量部
フタル酸ジエチル	28重量部
アジピン酸ジイソプロピル	45重量部
N, N-ジエチルドデカンアミド	22重量部

インク液(3-3)	
油溶性シアン色素(下記に示す)	6重量部
フタル酸ジエチル	32重量部
アジピン酸ジイソプロピル	45重量部
N, N-ジエチルドデカンアミド	17重量部

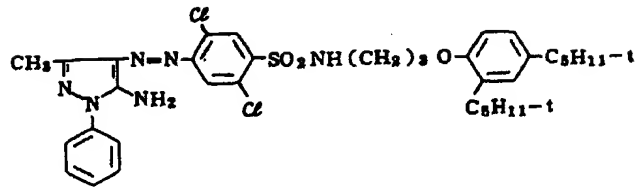
これらの各インク液を実施例1のインク液と共に、実施例1で用いたと同じ静電加速型インクジェット装置に設置し、実施例2で用いたインクジェット記録紙に印写した。インク液(3-1)、(3-2)および(3-3)のインク液を単独で印写した部分は、それぞれ鮮やかなマゼンタ、イエローおよびシアン画像を形成し、また2種のインクが同時に重なつた部分は、鮮やかな青、緑か

よび赤の面像を形成した。またこれらの中間色の色再現も満足すべきものであつた。実施例-1のインク液を単独で印写した部分は濃度の高いブラック面像を形成し、このインク液と上記のインク液が重なつた部分は「黒のしまり」が良好なカラー面像を形成した。

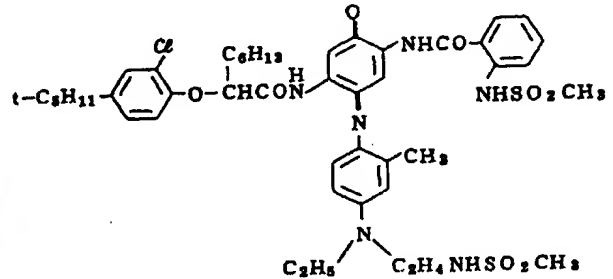
〔油溶性マゼンタ色素〕



〔油溶性マゼンタ色素〕



〔油溶性シアン色素〕



特許出願人 富士写真フイルム株式会社

手続補正書

昭和62年8月25日

特許庁長官 殿

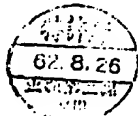
1. 事件の表示 昭和62年特願第172432号
2. 発明の名称 記録液
3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県南足柄市中沼210番地
 名称(520)富士写真フイルム株式会社
 代表者 大西 寛

連絡先 〒106 東京都港区西麻布2丁目26番30号
 富士写真フイルム株式会社 東京本社
 電話 (406) 2537

方式
 登録



4. 補正の対象 明細書の「発明の詳細な説明」の欄

5. 補正の内容
 明細書の「発明の詳細な説明」の項の記載を下記の通り補正する。

- 1) 第3頁3行目の
 「染料」を
 「色素」

と補正する。

- 2) 第12頁の第2表の化合物ⅢのR4の
 「⑤-SO₂(C₂H₅)₂」を
 「⑥-SO₂N(C₂H₅)₂」

と補正する。

- 3) 第25頁2行目の
 「色調」を
 「色相」

と補正する。

- 4) 第26頁7行目の
 「に適当に」を
 「が適当に」 と補正する。

5) 第27頁10行目の
「3.3」を
「3.2」

と補正する。

6) 第28頁2行目の
「染料」を
「色素」

と補正する。